

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-175816

(43)公開日 平成10年(1998) 6 月30日

(51)Int.Cl.⁶

A 6 1 K 7/00

識別記号

F I

A 6 1 K 7/00

M

J

審査請求 未請求 請求項の数6 F D (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平8-354171

(22)出願日 平成8年(1996)12月18日

(71)出願人 000110077

東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会
社

東京都千代田区丸の内一丁目1番3号

(72)発明者 森田 好次

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ
コーニング・シリコーン株式会社研究開発
本部内

(72)発明者 小林 和男

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ
コーニング・シリコーン株式会社研究開発
本部内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 化粧品原料、化粧品、および化粧品の製造方法

(57)【要約】

【課題】 化粧品中にシリコーンゴム粉末を均一に分散させることができる化粧品原料、この化粧品原料と他の化粧品原料とからなり、化粧品中にシリコーンゴム粉末を均一に分散しており、指や肌への感触、伸び、および使用感が良好である化粧品、およびこのような化粧品の効率よく製造する方法を提供する。

【解決手段】 平均粒子径が0.1～500μmであるシリコーンゴム粉末の水系サスペンションからなる化粧品原料、この化粧品原料と他の化粧品原料とからなることを特徴とする化粧品、この化粧品原料を他の化粧品原料と配合することを特徴とする化粧品の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒子径が0.1～500 μ mであるシリコーンゴム粉末の水系サスペンションからなる化粧品原料。

【請求項2】 シリコーンゴム粉末の水系サスペンションが、水中にシリコーンゴム組成物を微粒子状に分散させた状態で硬化させて得られたものであることを特徴とする、請求項1記載の化粧品原料。

【請求項3】 シリコーンゴム粉末が非架橋のオイルを含有していることを特徴とする、請求項1記載の化粧品原料。

【請求項4】 シリコーンゴム粉末の表面が無機質微粉末により被覆されていることを特徴とする、請求項1記載の化粧品原料。

【請求項5】 請求項1ないし4のいずれか1項に記載の化粧品原料と他の化粧品原料とからなることを特徴とする化粧品。

【請求項6】 請求項1ないし4のいずれか1項に記載の化粧品原料を他の化粧品原料と配合することを特徴とする、請求項5記載の化粧品の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、化粧品原料、化粧品、および化粧品の製造方法に関し、詳しくは、化粧品中にシリコーンゴム粉末を均一に分散させることができる化粧品原料、この化粧品原料と他の化粧品原料とからなり、化粧品中にシリコーンゴム粉末を均一に分散しており、指や肌への感触、伸び、および使用感が良好である化粧品、およびこのような化粧品の効率よく製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】化粧品の肌への感触や滑り性を向上させるため、化粧品原料としてシリコーンゴム粉末を配合することは周知である（特開昭61-194009号公報、特開昭63-313710号公報、特開平2-243612号公報、特開平6-1709号公報、特開平8-12524号公報、特開平8-12545号公報、および特開平8-12546号公報参照）。そして、硬さの低いシリコーンゴム粉末ほど、これを配合する化粧品の使用感が向上することが知られている。一般に、シリコーンゴム粉末を化粧品中に配合する方法としては、シリコーンゴム粉末を他の化粧品原料と共に混合する方法が挙げられる。しかし、シリコーンゴム粉末は凝集性が大きく、この硬さが低くなればなるほど、この凝集性は大きくなるため、このようなシリコーンゴム粉末を化粧品中に均一に分散させることは困難であり、特に、この問題は、化粧品の製造する際に、十分な剪断をかけることができない液状化粧品において顕著であった。そして、化粧品中に均一に分散していないシリコーンゴム粉末は、化粧品の感触を硬くし、使用感を悪化させるとい

う問題点があった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、上記の課題について鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち、本発明の目的は、化粧品中にシリコーンゴム粉末を均一に分散させることができる化粧品原料、この化粧品原料と他の化粧品原料とからなり、化粧品中にシリコーンゴム粉末が均一に分散しており、指や肌への感触、伸び、および使用感が良好である化粧品、およびこのような化粧品の効率よく製造する方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の化粧品原料は、平均粒子径が0.1～500 μ mであるシリコーンゴム粉末の水系サスペンションからなることを特徴とする。また、本発明の化粧品は、上記の化粧品原料と他の化粧品原料からなることを特徴とする。さらに、本発明の化粧品の製造方法は、上記の化粧品原料を他の化粧品原料と配合することを特徴とする。

【0005】

【発明の実施の形態】はじめに、本発明の化粧品原料を詳細に説明する。本発明の化粧品原料は、シリコーンゴム粉末の水系サスペンションからなることを特徴とする。この水系サスペンションの性状としては、液状、クリーム状、ペースト状が例示される。このシリコーンゴム粉末の平均粒子径は0.1～500 μ mの範囲内であり、好ましくは、0.5～50 μ mの範囲内である。これは、平均粒子径がこの範囲外であるシリコーンゴム粉末を配合した化粧品は、指や肌への感触、伸び、および使用感が十分でなくなる傾向があるからである。このシリコーンゴム粉末の形状としては、球状、扁平状、不定形状が例示され、特に、球状であることが好ましい。また、このシリコーンゴム粉末の硬さとしては、JIS A硬さが80以下であることが好ましく、特に、65以下であることが好ましい。これは、JIS A硬さがこの範囲をこえるシリコーンゴム粉末を配合して得られた化粧品は、使用感が十分でなくなる傾向があるからである。本発明の化粧品原料は、硬さが低いシリコーンゴム粉末を配合した化粧品は使用感が良好であるが、このシリコーンゴム粉末自体の凝集性が大きいため、これを化粧品中に均一に分散させることが困難であるという従来技術の課題を一挙に解決することができるのである。

【0006】このシリコーンゴム粉末の水系サスペンションは、例えば、付加反応硬化型シリコーンゴム組成物、縮合反応硬化型シリコーンゴム組成物、有機過酸化物硬化型シリコーンゴム組成物、紫外線硬化型シリコーンゴム組成物を水中で微粒子状に分散させた状態で硬化させて得られたものであることが好ましく、特に、付加反応硬化型シリコーンゴム組成物や縮合反応硬化型シリ

コーンゴム組成物を水中で微粒子状に分散させた状態で硬化させたものであることが好ましい。この付加反応硬化型シリコーンゴム組成物としては、一分子中に少なくとも2個のアルケニル基を有するオルガノポリシロキサン、一分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサン、および白金系触媒から少なくともなるものが例示され、縮合反応硬化型シリコーンゴム組成物としては、一分子中に少なくとも2個のケイ素原子に結合する水酸基またはアルコキシ基、オキシム基、アセトキシ基、アミノキシ基等の加水分解性基を有するオルガノポリシロキサン、一分子中に少なくとも3個のケイ素原子に結合するアルコキシ基、オキシム基、アセトキシ基、アミノキシ基等の加水分解性基を有するシラン系架橋剤、および有機錫化合物、有機チタン化合物等の縮合反応触媒から少なくともなるものが例示される。これらのシリコーンゴム組成物を水中で微粒子状に安定性よく分散させるためには、ノニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、およびアニオン界面活性剤を一種もしくは二種以上を用いることが好ましい。これらの界面活性剤は、化粧品にそのまま配合されるので、化粧品原料として利用できる界面活性剤を用いることが必要である。この界面活性剤の使用量はシリコーンゴム組成物100重量部に対して0.1~20重量部の範囲内であることが好ましく、特に、0.5~10重量部の範囲内であることが好ましい。

【0007】また、本発明の化粧品原料として、非架橋のオイルを含有しているシリコーンゴム粉末の水系サスペンションを用いることにより、得られる化粧料の指や肌への感触が一層柔らかくなったり、化粧もちを向上させることができる。このような水系サスペンションを調製する方法としては、シリコーンゴム組成物中に、この組成物の硬化反応に関与しないオイルを予め配合しておき、この組成物を水中で微粒子状に分散させた状態で硬化させる方法、シリコーンゴム粉末の水系サスペンションにオイルを添加して、攪拌下に、このオイルをシリコーンゴム粉末に含浸させる方法が挙げられ、好ましくは、前者の方法である。

【0008】この非架橋のオイルは、このシリコーンゴム粉末中に単に含まれており、この粉末から自然に滲み出たり、また、有機溶剤により抽出可能なオイルのことである。このオイルとしては、例えば、非架橋のシリコーンオイル、非架橋の有機オイルが例示される。このシリコーンオイルとしては、このシリコーンゴム粉末を形成するための硬化反応に関与しないシリコーンオイルであり、この分子構造としては、例えば、直鎖状、一部分岐を有する直鎖状、環状、分岐鎖状が挙げられ、特に、直鎖状であることが好ましい。このようなシリコーンオイルとしては、例えば、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルフェニル

ルシロキサン共重合体、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチル(3,3,3-トリフルオロプロピル)シロキサン共重合体等の非反応性シリコーンオイルが一般に挙げられ、例えば、このシリコーンゴム粉末を形成するためのシリコーンゴム組成物中に、このシリコーンオイルを予め含ませておく場合には、上記の非反応性シリコーンオイル以外に、この硬化反応に関与しない分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、このジメチルポリシロキサンのメチル基の一部をメチル基以外のアルキル基、フェニル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基に置換したポリシロキサン等のシリコーンオイルが挙げられ、この硬化反応が付加反応である場合には、上記の非反応性シリコーンオイル以外に、分子鎖両末端シラノール基封鎖ジメチルポリシロキサン、このジメチルポリシロキサンのメチル基の一部をメチル基以外のアルキル基、フェニル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基に置換したポリシロキサン等のシリコーンオイルが挙げられ、さらには、この硬化反応に関与し得るが、未反応として残った分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端ジメチルヒドロジェンシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサン共重合体、これらのポリシロキサンのメチル基の一部をメチル基以外のアルキル基、フェニル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基に置換したポリシロキサン等のシリコーンオイルが挙げられ、また、この硬化反応が縮合反応である場合には、上記の非反応性のシリコーンオイル以外に、このシリコーンオイルのメチル基の一部をアルケニル基に置換したポリシロキサン等のシリコーンオイル、さらには、この硬化反応に関与し得るが、未反応として残った分子鎖両末端シラノール基封鎖ジメチルポリシロキサン、このポリシロキサンのメチル基の一部をメチル基以外のアルキル基、アルケニル基、フェニル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基に置換したシリコーンオイルが挙げられる。また、硬化シリコーン粉末に後から非架橋のシリコーンオイルを含浸する場合には、このシリコーンオイルの種類は限定されない。

【0009】また、非架橋の有機オイルとしては、例えば、流動パラフィン、イソパラフィン、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸ミリスチル、ミリスチン酸セチル、ミリスチン酸2-オクタドデシル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、ステアリン酸ブチル、オレイン酸デシル、オレイン酸2-オクタドデシル、乳酸ミリスチル、乳酸セチル、酢酸ラノリン、ステアリルアルコール、セトステアリルアルコール、オレイルアルコール、

アボガド油、アルモンド油、オリーブ油、カカオ油、ホホバ油、ゴマ油、サフラワー油、大豆油、ツバキ油、スクワラン、パーシク油、ヒマシ油、ミンク油、綿実油、ヤシ油、卵黄油、牛脂、豚脂、ポリプロピレングリコールモノオレート、ネオペンチルグリコール-2-エチルヘキサノエート等のグリコールエステル油；イソステアリン酸トリグリセライド、椰子油脂脂肪酸トリグリセライド等の多価アルコールエステル油；ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシプロピレンセチルエーテル等のポリオキシアルキレンエーテル油等の有機オイルが挙げられる。

【0010】これらの非架橋のオイルは液状であり、この25℃における粘度としては、100,000mPa・s以下であることが好ましく、さらに、50,000mPa・s以下であることが好ましく、特に、10,000mPa・s以下であることが好ましい。これは、25℃における粘度がこの範囲より大きいオイルによると、平均粒子径が500 μ m以下であるシリコーンゴム粉末を形成しにくくなる傾向があったり、シリコーンゴム粉末に含浸しにくくなる傾向があるためである。このような非架橋のオイルとしては、シリコーンゴム粉末との親和性が優れることから、上記のシリコーンオイルであることが好ましい。

【0011】このシリコーンゴム粉末中の非架橋のオイルの含有量としては、80重量%以下であることが好ましく、特に、50重量%以下であることが好ましい。これは、非架橋のオイルの含有量がこの範囲をこえるシリコーンゴム粉末を調製することが困難であり、これを配合して得られる化粧品がべたついたりするおそれがあるからである。

【0012】また、本発明の化粧品原料として、表面が無機質微粉末により被覆されたシリコーンゴム粉末の水系サスペンションは、安定性が良好である。このような水系サスペンションを調製する方法としては、シリコーンゴム粉末の水系サスペンションに無機質微粉末を添加して、攪拌下に、このシリコーンゴム粉末の表面に無機質微粉末を被覆する方法が例示される。

【0013】シリコーンゴム粉末の表面を被覆するための無機質微粉末としては、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化アンチモン等の金属酸化物微粉末；窒化ホウ素、窒化アルミニウム等の金属窒化物微粉末；硫化物微粉末、塩化物微粉末等が挙げられ、好ましくは、金属酸化物微粒子であり、得られるシリコーンゴム粉末の分散性が良好であったり、得られるシリコーンゴム粉末に紫外線吸収能を付与できることから、特に好ましくは、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化亜鉛である。これらの無機質微粉末はそのまま用いてもよく、また、これらの表面を予めシリコーン、金属石鹸、N-アシルグルタミン酸、フッ素により処理したものを用いてもよい。これらの無機質微粉末

の平均粒子径としては、このシリコーンゴム粉末の表面を被覆するのに十分な平均粒子径であればよく、具体的には、シリコーンゴム粉末の平均粒子径に対して1/10以下の平均粒子径であることが好ましく、この比表面積が10m²/g以上であることが好ましい。

【0014】シリコーンゴム粉末の水系サスペンションに添加する無機質微粉末の量は、シリコーンゴム粉末100重量部に対して、好ましくは、0.1～50重量部の範囲内であり、特に好ましくは、1～20重量部の範囲内である。これは、シリコーンゴム粉末100重量部に対して、無機質微粉末の添加量がこの範囲未満であると、得られるシリコーンゴム粉末の表面に十分な無機質微粉末を被覆することができないためであり、一方、この範囲をこえると、シリコーンゴム粉末の表面を被覆できなかった無機質微粉末が多くなるためである。

【0015】これらの水系サスペンションにおける、シリコーンゴム粉末の含有量は限定されないが、この水系サスペンション中の10～80重量%の範囲内であることが好ましい。これは、水系サスペンション中のシリコーンゴム粉末の含有量がこの範囲未満であるものは化粧品原料としての汎用性が乏しく、化粧品を製造する際に、余分な水分を取り除かねばならない場合があるためであり、一方、水系サスペンション中のシリコーンゴム粉末の含有量がこの範囲をこえるものは、これを安定性よく製造することが困難であるからである。

【0016】次に、本発明の化粧品を詳細に説明する。本発明の化粧品は、上記の化粧品原料と他の化粧品原料からなることを特徴とする。この化粧品としては、石鹸、ボディシャンプー、洗顔クリーム等の洗浄用化粧品、化粧水、クリーム・乳液、パック等の基礎化粧品；おしろい、ファンデーション等のベースメイクアップ化粧品、口紅、ほほ紅、アイシャドー、アイライナー、マスカラ等の眉目化粧品、マニキュア等のメイクアップ化粧品；シャンプー、ヘアリンス、整髪料、育毛剤、養毛剤、染毛剤等の頭髮用化粧品；香水、オー・デ・コロン等の芳香性化粧品；歯磨き；浴用剤；脱毛剤、髭剃り用ローション、制汗・消臭剤、日焼け防止剤等の特殊化粧品が例示される。また、この化粧品の剤形としては、水性液状、油性液状、乳液状、クリーム状、フォーム状、半固形状、固形状、粉状が例示される。また、この化粧品をスプレーにより用いることができる。

【0017】この化粧品は、上記のシリコーンゴム粉末の水系サスペンションからなる化粧品原料と他の化粧品原料からなるが、この化粧品原料としては、アボガド油、アルモンド油、オリーブ油、カカオ脂、牛脂、ゴマ油、小麦胚芽油、サフラワー油、シアバター、タートル油、椿油、パーシク油、ヒマシ油、ブドウ油、マカデミアナッツ油、ミンク油、卵黄油、モクロウ、ヤシ油、ローズヒップ油、硬化油等の油脂；オレンジラフィー油、カルナウバロウ、キャンデリラロウ、鯨ロウ、ホホ

バ油、モンタンロウ、ミツロウ、ラノリン等のロウ類；流動パラフィン、ワセリン、パラフィン、セレスシン、マイクロクリスタリンワックス、スクワラン等の炭化水素；ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ベヘニン酸、ウンデシレン酸、オキシステアリン酸、リノール酸、ラノリン酸、合成脂肪酸等の高級脂肪酸；エチルアルコール、イソプロピルアルコール、ラウリルアルコール、セチルアルコール、セトステアリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、ベヘニルアルコール、ラノリンアルコール、水素添加ラノリンアルコール、ヘキシルデカノール、オクチルドデカノール、イソステアリルアルコール等のアルコール；コレステロール、ジヒドロコレステロール、フィトステロール等のステロール；リノール酸エチル、ミリスチン酸イソプロピル、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、ミリスチン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、オレイン酸オクチルドデシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、イソオクタン酸セチル、パルミチン酸セチル、トリミリスチン酸グリセリン、トリ（カプリル・カプリン酸）グリセリン、ジオレイン酸プロピレングリコール、トリイソステアリン酸グリセリン、トリイソオクタン酸グリセリン、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、リンゴ酸ジイソステアリル等の脂肪酸エステル；グリセリン、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、d-1-ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸ナトリウム、ソルビトール、ヒアルロン酸ナトリウム等の保湿剤；高級脂肪酸石鹸、高級アルコール硫酸エステル塩、N-アシルグルタミン酸塩、リン酸エステル塩等のアニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、ベタイン型、アミノ酸型、イミダゾリン型、レシチン等の両性界面活性剤、多価アルコールエステル型、酸化エチレン縮合型等の非イオン界面活性剤等の界面活性剤；酸化鉄等の有色顔料、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化ジリコニウム等の白色顔料、マイカ、タルク、セリサイト等の体質顔料等の顔料；ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、オクタメチルテトラシクロシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ポリエーテル変性シリコーンオイル、アミノ変性シリコーンオイル等のシリコーンオイル；精製水；カラギーナン、アルギン酸、アラビアゴム、トラガント、ペクチン、デンプン、キサンタンガム、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸ソーダ、ポリエチレングリコール等の増粘剤、さらには、紫外線吸収剤、抗菌剤、抗炎症剤、制汗剤、防腐剤、香料、酸化防止剤、pH調節剤、噴射剤が例示される。

【0018】続いて、本発明の化粧品の製造方法を詳細に説明する。本発明の製造方法は、上記のシリコーンゴム粉末の水系サスペンションからなる化粧品原料を上記

の他の化粧品原料と配合することを特徴とし、特殊な装置や高剪断をかけることなく、化粧品中にシリコーンゴム粉末を均一に分散させることができるという効果がある。本発明の製造方法では、例えば、回分式、連続式により化粧品を製造することができ、このための装置としては、ホモミキサー、パドルミキサー、ヘンシェルミキサー、ホモディスパー、コロイドミキサー、プロペラ攪拌機、ホモジナイザー、インライン式連続乳化機、超音波乳化機、真空式練合機が例示される。また、本発明の化粧品において、水が不要である場合には、化粧品の製造過程において水分を除去すればよい。

【0019】

【実施例】本発明の化粧品原料、化粧品、および化粧品の製造方法を実施例により詳細に説明する。なお、実施例中の粘度は25℃における値である。

〔化粧品原料について〕化粧品原料を次のようにして調製した。なお、シリコーンゴム粉末の平均粒子径は、水系サスペンション中のシリコーンゴム粉末から水を除去して得られたシリコーンゴム粉末の平均粒子径を画像処理装置に連動した光学顕微鏡により測定した。

【0020】〔実施例1〕粘度400mPa・sの分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン96重量部、粘度20mPa・sの分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルハイドロジェンポリシロキサン（ケイ素原子結合水素原子の含有量=1.5重量%）4重量部、粘度20mPa・sの分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン6重量部、および塩化白金酸のイソプロピルアルコール溶液（上記の分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサンに対して、このアルコール溶液中の白金金属が重量単位で20ppmとなる量）を均一に混合してシリコーンゴム組成物を調製した。なお、この組成物を室温で1日間放置して得られるシリコーンゴムのJIS-A硬さは28であった。次に、このシリコーンゴム組成物全量を3重量%-ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル（HLB=13.1）水溶液53重量部により乳化した後、純水50重量部を加えて、シリコーンゴム組成物の水系エマルジョンを調製した。この水系エマルジョンを室温で1日間放置することにより、このシリコーンゴム組成物を硬化させて、シリコーンゴム粉末の水系サスペンションを調製した。この水系サスペンションを化粧品原料(A)とした。このシリコーンゴム粉末は球状であり、この平均粒子径は4μmであった。このシリコーンゴム粉末を100重量部を容器に投入し、これにトルエン1000重量部を加えて、これをホモディスパー（特殊機加工株式会社製）により1000rpmで10分間、さらに500rpmで30分間攪拌した後、12時間静置した。その後、これをホモディスパーにより500rpmで10分間攪拌し、ろ紙を使用した減菌ろ過機によりろ過した。このろ液をエバポレ

ーターによりトルエンを除去して非架橋のオイルを得た。このシリコーンゴム粉末中の非架橋のオイルの含有量は6重量%であった。この非架橋のオイルをゲルパーミエーションクロマトグラフ、赤外線分光分析、および ^1H -核磁気共鳴分析した結果、この非架橋のオイルは粘度 $20\text{mPa}\cdot\text{s}$ の分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサンを主成分とし、その他ジメチルシクロポリシロキサンを含有することがわかった。

【0021】[実施例2] 実施例1と同様にして調製したシリコーンゴム粉末の水系サスペンション100重量部にBET比表面積 $200\text{m}^2/\text{g}$ のヒュームドシリカ2.5重量部を添加し、これを 60°C で2時間加熱攪拌して、表面がヒュームドシリカにより被覆されたシリコーンゴム粉末の水系サスペンションを調製した。この水系サスペンションの一部を採取して、シリコーンゴム粉末を分離した。このシリコーンゴム粉末を高濃度水酸化カリウム水溶液により分解した後、この分解物をガスクロマトグラフィー分析したところ、このシリコーンゴム粉末中にはヒュームドシリカが約4重量%被覆されていることがわかった。また、このシリコーンゴム硬化物をイソプロピルアルコール中で振掉したが、シリコーンゴム粉末からのヒュームドシリカの分離は確認されなかった。この水系サスペンションを化粧品原料(B)とした。

【0022】[実施例3] 粘度 $400\text{mPa}\cdot\text{s}$ の分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン96重量部、粘度 $20\text{mPa}\cdot\text{s}$ の分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルハイドロジェンシロキサン・ジメチルシロキシ共重合体(ケイ素原子結合水素原子の含有量=0.7重量%)3重量部、および塩化白金酸のイソプロピルアルコール溶液(上記の分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサンに対して、このアルコール溶液中の白金金属が重量単位で 20ppm となる量)を均一に混合してシリコーンゴム組成物を調製した。この組成物を室温で1日間放置して得られるシリコーンゴムのJIS A硬さは31であった。次に、このシリコーンゴム組成物全量を3重量%-ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル(HLB=13.1)の水溶液50重量部により乳化して、シリコーンゴム組成物の水系エマルジョンを調製した。この水系エマルジョンを室温で1日間放置することにより、このシリコーンゴム組成物を硬化させて、シリコーンゴム粉末の水系サスペンションを調製した。このシリコーンゴム粉末は球状であり、この平均粒子径は $2\mu\text{m}$ であった。この水系サスペンションを化粧品原料(C)とした。

【0023】[参考例1] 実施例1と同様にして調製したシリコーンゴム粉末の水系サスペンションを 300°C の熱風中に粉霧して水分を除去することによりシリコーンゴム粉末を調製した。このシリコーンゴム粉末を化粧

品原料(D)とした。

【0024】[化粧品の製造方法および化粧品について] 化粧品を次のようにして調製した。なお、化粧品の感触、化粧品中のシリコーンゴム粉末の分散状態を次のようにして評価した。

「化粧品の指への感触」パネラー10人に化粧品を使用してもらい、化粧品の感触が良好であると感じた人数が8~10人である場合を○、これが4~7人である場合を△、また、これが3人以下である場合を×として評価した。

「化粧品の肌への感触」パネラー10人に化粧品を使用してもらい、化粧品の感触が良好であると感じた人数が8~10人である場合を○、これが4~7人である場合を△、また、これが3人以下である場合を×として評価した。

「化粧品中のシリコーンゴム粉末の分散状態」化粧品をガラス板に薄く塗布して、化粧品中のシリコーンゴム粉末の粒子径を光学顕微鏡により観察して、この粒子径が $10\mu\text{m}$ 以下であるシリコーンゴム粉末の比率、 $10\mu\text{m}$ をこえ、 $50\mu\text{m}$ 以下であるシリコーンゴム粉末の比率、 $50\mu\text{m}$ をこえるシリコーンゴム粉末の比率をそれぞれ求めることにより、化粧品中のシリコーンゴム粉末の分散性を評価した。

【0025】[実施例4] 化粧品原料(A)52重量部、p-メトキシ桂皮酸オクチル5重量部、 α -モノイソステアрилグリセリルエーテルポリオキシエチレンソルビタンモノオレイン酸エステル1重量部、ミツロウ2重量部、ラノリン2重量部、スクワラン10重量部、流動パラフィン10重量部、精製水19重量部、防腐剤適量、および香料適量をホモディスパーにより 2500rpm で5分間攪拌して、乳液状化粧品を調製した。この化粧品の評価結果を表1に示した。

【0026】[実施例5] 化粧品原料(B)52重量部、p-メトキシ桂皮酸オクチル5重量部、 α -モノイソステアрилグリセリルエーテルポリオキシエチレンソルビタンモノオレイン酸エステル1重量部、ミツロウ2重量部、ラノリン2重量部、スクワラン10重量部、流動パラフィン10重量部、精製水19重量部、防腐剤適量、および香料適量をホモディスパーにより 2500rpm で5分間攪拌して、乳液状化粧品を調製した。この化粧品の評価結果を表1に示した。

【0027】[比較例1] 化粧品原料(D)24重量部、p-メトキシ桂皮酸オクチル5重量部、 α -モノイソステアрилグリセリルエーテルポリオキシエチレンソルビタンモノオレイン酸エステル1重量部、ミツロウ2重量部、ラノリン2重量部、スクワラン10重量部、流動パラフィン10重量部、精製水45重量部、防腐剤適量、および香料適量をホモディスパーにより 2500rpm で5分間攪拌して、乳液状化粧品を調製した。この化粧品の評価結果を表1に示した。

【0028】

【表1】

区 分 項 目	本 発 明		比 較 例
	実施例 4	実施例 5	比較例 1
指への感触	○	○	○
肌への感触	○	○	△ ざらつきあり
化粧品中のシリコンゴム粉末 の分散状態(粒子径)			
≤ 10 μm	100%	100%	0%
10 μm < , ≤ 50 μm	0%	0%	100%
50 μm <	0%	0%	0%

【0029】〔実施例6〕化粧品原料(C)40重量部、シリコン処理酸化チタン1重量部、p-メトキシ桂皮酸オクチル5重量部、粘度20mPa・sの分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン10重量部、ポリオキシエチレン(40モル付加物)硬化ヒマシ油3重量部、スクワラン30重量部、グリセリン5重量部、ミツロウ3重量部、防腐剤適量、香料適量、および精製水適量をヘンシェルミキサーにより1500rpmで10分間攪拌して、クリーム状化粧品を調製した。この化粧品の評価結果を表2に示した。

【0030】〔比較例2〕化粧品原料(D)20重量部、シリコン処理酸化チタン1重量部、p-メトキシ桂皮酸オクチル5重量部、粘度20mPa・sの分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン10重量部、ポリオキシエチレン(40モル付加物)硬化ヒマシ油3重量部、スクワラン30重量部、グリセリン5重量部、ミツロウ3重量部、防腐剤適量、香料適量、および精製水適量をヘンシェルミキサーにより1500rpmで10分間攪拌して、クリーム状化粧品を調製した。この化粧品の評価結果を表2に示した。

【0031】

【表2】

区 分 項 目	本 発 明	比 較 例
	実施例 6	比較例 2
指への感触	○	△ 重い感じ
肌への感触	○	△ ざらつきあり
化粧品中のシリコンゴム粉末 の分散状態(粒子径)		
≤ 10 μm	100%	40%
10 μm < , ≤ 50 μm	0%	50%
50 μm <	0%	10%

【0032】〔実施例7〕化粧品原料(A)14重量部、1,3-ブチレングリコール2重量部、エタノール50重量部、ポリエーテル変性シリコンオイル(東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社製のSH3771)1重量部、プロピレングリコール4重量部、ポリオキシ

エチレン(15モル付加物)ノニルエーテル1重量部、シリコン処理酸化チタン1重量部、防腐剤微量、香料微量、および精製水適量をヘンシェルミキサーにより1500rpmで10分間攪拌して、水性化粧品を調製した。この化粧品の評価結果を表3に示した。

【0033】〔比較例3〕化粧品原料(D)7重量部、1,3-ブチレングリコール2重量部、エタノール50重量部、ポリエーテル変性シリコンオイル(東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社製のSH3771)1重量部、プロピレングリコール4重量部、ポリオキシエチレン(15モル付加物)オイルエーテル1重量部、シリコン処理酸化チタン1重量部、防腐剤微量、香料微量、および精製水適量をヘンシェルミキサーにより1500rpmで10分間攪拌して、水性化粧品を調製した。この化粧品の評価結果を表3に示した。

【0034】

【表3】

区 分 項 目	本 発 明	比 較 例
	実施例 7	比較例 3
指への感触	○	△ 重い感じ
肌への感触	○	△ ざらつきあり
化粧品中のシリコンゴム粉末 の分散状態(粒子径)		
≤ 10 μm	100%	30%
10 μm < , ≤ 50 μm	0%	30%
50 μm <	0%	40%

【0035】

【発明の効果】本発明の化粧品原料は、化粧品中にシリコンゴム粉末を均一に分散させることができるという特徴がある。また、本発明の化粧品は、この化粧品原料と他の化粧品原料とからなるので、化粧品中にシリコンゴム粉末が均一に分散しており、指や肌への感触、伸び、および使用感が良好であるという特徴がある。さらに、本発明の化粧品の製造方法は、このような化粧品を効率よく製造することができるという特徴がある。

フロントページの続き

(72)発明者 橘 隆司
千葉県市原市千種海岸 2 番 2 東レ・ダウ
コーニング・シリコン株式会社研究開発
本部内

(72)発明者 近藤 秀俊
千葉県市原市千種海岸 2 番 2 東レ・ダウ
コーニング・シリコン株式会社研究開発
本部内